

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
7 juin 2001 (07.06.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 01/39869 A1

(51) Classification internationale des brevets⁷: **B01D 61/16**,
65/08, C02F 1/44

(71) **Déposant** (pour tous les États désignés sauf US): **DE-
GREMONT SA** [FR/FR]; 183, avenue du 18 Juin 1940,
F-92500 Rueil Malmaison (FR).

(21) Numéro de la demande internationale:
PCT/FR00/03216

(72) **Inventeurs; et**
(75) **Inventeurs/Déposants** (pour US seulement): **CORDIER,
Michel** [FR/FR]; 20, rue Marcel Génin, F-92000 Nanterre
(FR). **BONNELYE, Véronique** [FR/FR]; 37, rue Edison,
F-78990 Elancourt (FR). **APTEL, Philippe** [FR/FR]; 22,
rue J. Strauss, F-31700 Toulouse (FR). **GUIGUI, Chris-
telle** [FR/FR]; 48-50, Grande Rue Saint Nicolas, F-31300
Toulouse (FR). **ROUCH, Jean-Christophe** [FR/FR];
Lanes, F-31450 Montbrun Lauragais (FR).

(22) Date de dépôt international:
20 novembre 2000 (20.11.2000)

(25) Langue de dépôt: français

(26) Langue de publication: français

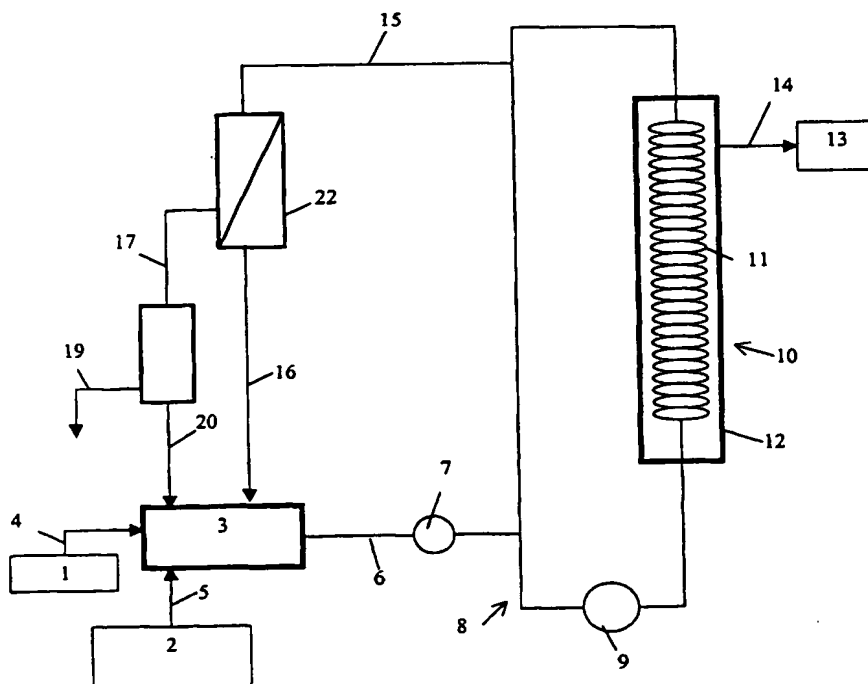
(30) Données relatives à la priorité:
99/15709 3 décembre 1999 (03.12.1999) FR

(74) **Mandataire**: **DEBAY, Yves**; Cabinet Debay, 126 Ellysée
2, F-78170 La Celle Saint Cloud (FR).

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD FOR MEMBRANE FILTRATION OF LIQUIDS AND DEVICE THEREFOR

(54) Titre: PROCEDE DE FILTRATION MEMBRANAIRE DE LIQUIDES ET DISPOSITIF DE MISE EN OEUVRE DUDIT
PROCEDE



(57) Abstract: The invention concerns a method for membrane filtration of liquids and its implementing device. The method for membrane filtration of liquids (1) containing dissolved substances and suspended matters is characterised in that it comprises the filtering of a mixture, containing the liquid to be treated and at least an adsorbent (2) in powder form, with a membrane having a geometrical configuration for inducing a flow with Dean vortices.

[Suite sur la page suivante]

WO 01/39869 A1



(81) États désignés (*national*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(84) États désignés (*régional*): brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:

- Avec rapport de recherche internationale.
- Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues.

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(57) **Abbrégé:** L'invention concerne un procédé de filtration membranaire de liquides et son dispositif de mise en oeuvre. Le procédé de filtration membranaire de liquides (1), contenant des substances dissoutes et des matières en suspension, se caractérise en ce qu'il comprend la filtration d'un mélange, comprenant le liquide à traiter et au moins un adsorbant (2) pulvérulent, par une membrane de configuration géométrique telle qu'elle induit un écoulement avec des vortex de Dean.

PROCEDE DE FILTRATION MEMBRANAIRE DE LIQUIDES ET
DISPOSITIF DE MISE EN ŒUVRE DUDIT PROCEDE

La présente invention concerne un procédé de filtration membranaire
5 de liquides et son dispositif de mise en œuvre et plus particulièrement un
procédé de filtration par membranes, de liquides contenant des substances
organiques dissoutes et des matières en suspension, telles que des eaux
brutes, en présence d'un adsorbant.

De nombreux dispositifs utilisent des membranes de microfiltration,
10 d'ultrafiltration ou de nanofiltration pour l'épuration des eaux. Ces
membranes sont constituées soit de fibres capillaires, soit de films plans.

Afin d'augmenter la densité de flux de transfert de matière au travers
de la membrane, certains dispositifs utilisent une membrane formant un
canal incurvé. Lorsqu'un fluide circule dans un canal incurvé, des
15 écoulements secondaires perpendiculaires à l'axe principal de l'écoulement
apparaissent en raison de la différence de pression qui existe entre la paroi
interne et la paroi externe du coude : l'effet global est la formation de vortex,
appelés vortex de Dean. Cet écoulement complexe et stationnaire est connu
et permet d'obtenir des améliorations significatives des phénomènes de
20 transfert de chaleur ou de matière. En particulier de nombreux dispositifs ont
déjà été décrits pour montrer l'intérêt des vortex de Dean dans des
opérations de séparation membranaire, afin d'augmenter la densité de flux
de transfert de matière au travers de membranes constituant la paroi du
canal incurvé. L'amélioration du flux est expliquée par le fait que les vortex
25 de Dean augmentent le gradient de vitesse à la paroi, provoquant un
phénomène de cisaillement supplémentaire qui s'oppose à l'accumulation
des composés à l'interface membrane-fluide et diminue donc les résistances
au transfert. Ainsi les phénomènes limitants, comme la polarisation de
concentration ou les dépôts de substances insolubles, sont moins intenses

que lorsque le fluide circule dans une membrane formant un canal de géométrie droite.

Il est connu par le brevet FR 2 628 337 déposé par la Demanderesse, d'associer au traitement sur membranes proprement dit, un adsorbant en suspension, tel qu'une poudre de charbon actif par exemple, circulant dans une membrane capillaire. L'adsorbant est introduit dans la boucle de filtration ou circuit de recirculation comprenant une membrane filtrante délimitant un canal rectiligne. De tels adsorbants permettent de fixer efficacement les matières organiques, telles que les pesticides, les composés halogénés, ou les oxydes métalliques solubles, par exemple, dont le poids moléculaire est trop faible pour qu'ils soient retenus par la membrane et de coloniser des bactéries épuratrices alors que, par ailleurs, la membrane oppose une barrière absolue aux matières en suspension, colloïdes, bactéries et adsorbants en poudre. Le couplage du traitement sur membranes avec l'injection de poudre de matériaux adsorbants dans le circuit de recirculation présente l'avantage de combiner deux, voire trois, actions épuratrices en une seule étape de traitement. La présence d'adsorbant dans le circuit de recirculation nécessite de disposer d'une énergie de balayage plus importante que dans le cas des traitements conventionnels, et ce, afin de prévenir l'accumulation excessive d'adsorbant en poudre sur la membrane, accumulation qui a pour conséquence de réduire le flux de filtration et qui peut conduire à l'obstruction des canaux.

Le but de l'invention est de proposer un procédé de traitement de fluides permettant d'améliorer d'une part les flux au travers de la membrane et d'autre part les rendements d'élimination des composés solubles par lesdites membranes.

Ce but est atteint par le fait que le procédé de filtration membranaire de liquides contenant des substances organiques dissoutes et des matières en suspension comprend la filtration d'un mélange, comprenant le liquide à traiter et au moins un adsorbant pulvérulent, par une membrane de

configuration géométrique telle qu'elle induit un écoulement avec des vortex de Dean.

5 Selon une autre particularité, l'écoulement dans la membrane se caractérise par un nombre de Dean supérieur à 20.

Selon une autre particularité, le procédé de filtration membranaire de liquides comprend :

- une étape de mélange du liquide à traiter avec le ou les adsorbant(s) à une concentration déterminée, ,
- 10 - une étape d'introduction du mélange, à un débit de gavage déterminé, dans une boucle de filtration,
- une étape de filtration, dans la boucle, à une vitesse de balayage déterminée et un flux transmembranaire régulé à travers la membrane sous une forme géométrique formant un canal incurvé,
- 15 - une étape de récupération de l'eau filtrée,
- et une étape de purge hors de la boucle de filtration du concentrat obtenu à la sortie de la filtration.

Selon une autre particularité, le procédé comprend une étape préalable de coagulation, par un sel métallique du liquide à traiter .

20 Selon une autre particularité, le procédé de filtration membranaire de liquides comprend une étape de séparation du concentrat purgé pour extraire le liquide et concentrer l'adsorbant.

Selon une autre particularité, le procédé de filtration membranaire de liquides comprend une étape de réinjection dans la boucle du liquide et/ou
25 de l'adsorbant extrait du concentrat.

Selon une autre particularité, le facteur de concentration entre la concentration du mélange injecté et la concentration du mélange dans la boucle varie entre 10 et 100.

30 Selon une autre particularité, le procédé de filtration membranaire de liquides comprend une étape d'injection d'un réactif déterminé, gazeux ou

liquide, dans la boucle, pour assurer un traitement supplémentaire en utilisant l'adsorbant du mélange comme support bactérien mobile.

Un deuxième but de l'invention est de proposer un dispositif de mise en œuvre du procédé.

5 Ce but est atteint par le fait que le dispositif de filtration membranaire de liquides contenant des substances organiques dissoutes et des matières en suspension, comprend un mélangeur présentant deux canalisations d'entrée pour l'introduction du liquide à traiter et un adsorbant, une pompe de gavage reliée par une canalisation au mélangeur permettant d'injecter le
10 mélange effectué par le mélangeur dans une boucle de filtration comprenant une pompe de circulation et un module de filtration, le module de filtration comprenant une membrane, scellée dans un carter, sous une forme géométrique formant un canal incurvé, une canalisation reliée au carter pour récupérer le liquide filtré et une canalisation de purge disposée en aval du
15 module de filtration pour purger le concentrat.

Selon une autre particularité, la membrane est constituée de fibres capillaires.

Selon une autre particularité, les membranes sous forme de fibres capillaires forment des canaux hélicoïdaux, sinusoïdaux ou torsadés.

20 Selon une autre particularité, l'arrangement des membranes se présente sous forme de faisceaux de capillaires mono-brins ou de juxtaposition d'ensembles monoblocs multicapillaires à section circulaire ou en ruban.

25 Selon une autre particularité, la membrane est une membrane dite spirale, constituée de films plans.

Selon une autre particularité, le ou les canaux de la membrane sont de section circulaire.

30 Selon une autre particularité, le ou les adsorbants sont des composés compris dans le groupe constitué par le charbon actif, les résines adsorbantes, les oxydes et hydroxydes minéraux, et les bentonites.

Selon une autre particularité, la canalisation de purge est reliée à des moyens de récupération comprenant un séparateur permettant de concentrer l'adsorbant, le séparateur comprenant au moins deux canalisations, l'une reliée au mélangeur pour recycler le liquide extrait du concentrat par le séparateur, l'autre pour évacuer l'adsorbant extrait du concentrat vers une cuve de stockage.

Selon une autre particularité, la cuve de stockage comprend une canalisation reliée au mélangeur permettant de réalimenter la boucle de filtration avec l'adsorbant extrait.

Selon une autre particularité, la boucle de filtration comprend un dispositif d'injection ou de dissolution d'un réactif déterminé pour favoriser l'activité biologique.

La combinaison des effets des vortex de Dean, engendrés par l'utilisation de membranes sous forme géométrique formant canal incurvé, et la présence d'un adsorbant permet à la fois d'améliorer les flux de transfert, d'éliminer, au moins en partie, les composés qui se fixent sur l'adsorbant et ou qui sont consommés par les bactéries qui colonisent l'adsorbant.

D'une manière surprenante il a été trouvé que, d'une part, en comparaison avec le dispositif enseigné par le brevet FR 2 628 337, les effets de vortex de Dean permettent d'utiliser une concentration plus importante d'adsorbant en suspension, sans boucher les capillaires, ce qui autorise une épuration plus poussée et que d'autre part, l'effet vortex, combiné à la présence de l'adsorbant en suspension, permet d'obtenir des flux encore supérieurs à ceux observés en présence du seul effet vortex, et ce, probablement grâce à l'action mécanique de l'adsorbant en poudre qui exerce une érosion continue sur le gâteau d'adsorbant et de matières organiques qui aurait tendance à s'accumuler à la surface de la membrane et qui en minimise l'épaisseur.

De plus, l'élimination des composés organiques est supérieure à celle obtenue dans un dispositif où les membranes délimitent un canal

rectiligne, peut être grâce à l'efficacité de mélange résultant de l'effet vortex induit dans la membrane incurvée et à la masse d'adsorbant dans le système assurant à la fois l'adsorption et la colonisation des bactéries.

En comparaison avec un dispositif conventionnel, équipé de membranes de configuration géométrique tubulaire et rectiligne, un dispositif à membranes incurvées dans lequel circule une suspension d'adsorbant autorise un flux supérieur de 60 à 150 % selon la nature de l'eau à traiter et une concentration d'adsorbant dans la boucle pouvant aller jusqu'à 1 g/l grâce à l'effet vortex. Cette forte concentration permet d'une part, une meilleure utilisation de l'adsorbant car son temps de séjour dans la boucle est augmenté, ce qui permet d'utiliser au mieux son pouvoir adsorbant et de réduire la quantité introduite, et d'autre part, un meilleur rendement d'élimination de la matière organique par voie biologique, l'adsorbant agissant comme support bactérien pour éliminer biologiquement certains composés organiques et/ou l'ammoniaque ou les nitrates.

D'autres particularités et avantages de la présente invention apparaîtront plus clairement à la lecture de la description ci-après faite en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 représente schématiquement le dispositif de traitement des eaux selon l'invention,

- la figure 2 représente schématiquement une variante du dispositif illustré à la figure 1 ;

les figures 3A, 3B et 3C représentent schématiquement des exemples de géométries de membrane de filtration selon l'invention ;

- les figures 4A, 4B et 4C représentent des exemples de fibres capillaires selon l'invention.

En référence à la figure 1, l'eau brute (1), à traiter préalablement ou non coagulée avec un sel métallique, est mélangée avec un ou plusieurs matériaux adsorbants (2) pulvérulents, dans une cuve de mélange (3), appelée mélangeur. L'eau brute (1) est introduite par une canalisation (4)

dans le mélangeur à un débit déterminé. Cette étape de mélange peut être obtenue par un moyen quelconque, tel que par exemple un mélangeur statique, un éjecteur, ou une cuve munie d'une agitation mécanique.

5 L'adsorbant (2) en poudre est injecté dans le mélangeur (3) par une canalisation (5) au moyen d'un système doseur quelconque, non représenté. L'adsorbant (2) pulvérulent est, par exemple, constitué de charbon actif en poudre, de résine macroporeuse, de bentonite, d'oxydes ou hydroxides métalliques ou de tout autre composé insoluble ayant des propriétés adsorbantes.

10 La quantité d'adsorbant injecté dans le mélangeur pour obtenir une suspension ou mélange a une concentration d'adsorbant déterminée, par exemple de 10 mg/l.

15 L'eau brute est maintenue en contact avec l'adsorbant pendant une durée minimum, appelée temps de contact. Ce temps de contact varie de quelques secondes à 10 minutes selon la nature de l'eau à traiter et le dispositif de mélange retenu.

La suspension est ensuite pompée par une canalisation (6) au moyen d'une pompe dite de gavage (7) vers une boucle de filtration (8) ou circuit de recirculation. La boucle (8) de filtration comporte une autre pompe
20 (9), dite de circulation, et un module de filtration (10). Le module de filtration comprend une membrane capillaire (11) scellée dans un carter (12). Le rôle de la pompe de circulation (9) est d'assurer une vitesse requise dite de balayage, dans le canal de la membrane capillaire. L'eau traitée (13), ou perméat, est recueillie, par une canalisation (14) reliée au carter après
25 percolation au travers de la membrane (11).

La membrane (11), de type microfiltration ou ultrafiltration ou nanofiltration, est par exemple constituée d'un ensemble de membranes capillaires ou fibres capillaires creuses, fabriquées sous une forme géométrique formant canal incurvé. La géométrie incurvée de la membrane
30 permet ainsi d'engendrer des vortex de Dean. La membrane peut par

exemple former un canal incurvé de forme hélicoïdale (111), torsadée (112) ou sinusoïdale (113) tel que représenté respectivement à la figure 3A, 3B, et 3C. Les membranes ou fibres capillaires constituant la membrane peuvent être arrangées sous différentes formes. Suivant la figure 4A, l'arrangement
5 des fibres capillaires peut se présenter sous forme de faisceaux de monoblocs. La membrane est constituée d'un ensemble de fibres (1111) capillaires présentant chacune un seul canal (23). L'arrangement des fibres capillaires peut se présenter sous forme de juxtaposition d'ensembles monoblocs multicapillaires à section circulaire (1112) tel que représenté à la
10 figure 4B ou sous forme de juxtaposition d'ensembles monobloc multicapillaires en ruban (1113) tel que représenté à la figure 4C. Dans ces deux dernier cas, la membrane est constituée de fibres capillaires (1112, 1113) présentant chacune plusieurs canaux (24, 25). Les canaux incurvés des fibres capillaires peuvent être de section circulaire. Selon un autre mode
15 de réalisation la membrane est constituée de films plan incurvés, traditionnellement appelée membrane spirale.

Le paramètre de contrôle des écoulements dans les coudes du canal incurvé est le nombre de Dean (De), qui représente le rapport des forces centrifuge et d'inertie par rapport aux forces visqueuses. Il est défini
20 par l'équation 1 suivante :

$$De = Re \sqrt{\frac{d_i}{d_c}}$$

dans laquelle, "Re" représente le nombre de Reynolds, "d_i" représente le diamètre interne de la conduite et "d_c" le diamètre de courbure, "d_i" et "d_c" étant exprimés en mètre.

25 Cette définition de "De" n'est plus valable si la conduite incurvée présente une torsion non négligeable, c'est le cas en particulier de conduites de forme hélicoïdale (111), torsadée (112) ou sinusoïdale (113) telles que représentées aux figures 3A, 3B et 3C. Afin de prendre en compte l'effet de

la torsion, un diamètre effectif de courbure d'_c est défini par l'équation 2 suivante:

$$d'_c = d_c \left[1 + \left(\frac{p}{\pi d_c} \right)^2 \right]$$

où "p" est le pas en mètre.

5 Ceci conduit à la définition du nombre de Dean modifié (De') selon l'équation 3 suivante :

$$De' = Re \sqrt{\frac{d_i}{d'_c}}$$

Dans la pratique, d'_c est peu différent de d_c lorsque le pas est petit devant d_c .

10 Dans la suite nous appellerons nombre de Dean, le nombre défini par l'une ou l'autre des équations 1 ou 3, sachant que la torsion doit être prise en compte lorsque le pas p n'est plus petit devant d_c .

La vitesse de balayage et la géométrie de la membrane seront déterminées afin d'engendrer des perturbations suffisantes. Cette valeur
15 minimale des perturbations correspond à un nombre de Dean (De) compris entre 20 et 500.

Le mélange ou suspension est pompé par la pompe (7) de gavage avec un débit sensiblement identique à celui de l'eau brute (1) entrant dans le mélangeur (3) et à une pression correspondant à la perte de charge
20 maximale prévue pour le passage au travers de la membrane. La pompe (9) de circulation permet de maintenir une vitesse de balayage constante dans les membranes capillaires, à une pression égale à la perte de charge dans la membrane, augmentée de la pression de refoulement de la pompe de gavage.

25 La fraction concentrée, ou concentrat, sortant du module (10) de filtration est purgée de façon continue ou discontinue, pour extraire une quantité d'adsorbant équivalente à la quantité d'adsorbant (2) neuf qui est introduit dans le mélangeur (3). Cette opération permet de maintenir dans la

boucle une concentration constante d'adsorbant, conformément aux conditions opératoires déterminées. La concentration en adsorbant dans la boucle est directement proportionnelle au rapport du débit de gavage sur le débit de concentrat évacué. Ce facteur de concentration est de l'ordre de 10
5 à 100 selon les applications. Le concentrat est extrait de la boucle par une canalisation (15) de purge disposée en aval du module (10) de filtration vers des moyens de récupération. Ces moyens de récupération comprennent un séparateur (22) tel qu'un décanteur, un filtre à bande ou une centrifugeuse par exemple, dont le rôle est d'augmenter la concentration dudit concentrat.
10 L'eau extraite du concentrat par le séparateur (22) peut être recyclée en l'injectant, par une canalisation (16) dans le mélangeur (3) avec l'eau (1) brute à traiter.

L'adsorbant extrait du concentrat, appelé adsorbant recyclé, peut être stocké dans une cuve (18) par l'intermédiaire d'une canalisation (17).
15 Selon la nature de l'eau à traiter et le degré de saturation de l'adsorbant, celui-ci peut soit être évacué du dispositif par une canalisation (19) pour être détruit, soit être utilisé pour réalimenter la boucle (8) de filtration en l'injectant par une canalisation (20) dans le mélangeur (3).

En effet, même si le procédé à membrane incurvée réduit
20 considérablement les effets de colmatage liés à l'accumulation d'un dépôt sur la membrane, il n'en reste pas moins qu'il convient de réaliser de façon épisodique un lavage de la membrane. Ce lavage peut être effectué par une opération de rétrolavage, qui consiste à renvoyer le perméat à contre-sens, en additionnant éventuellement un produit chimique, comme le chlore ou
25 l'eau de Javel.

En référence à la figure 2, un dispositif (21) d'injection ou de dissolution d'un réactif peut être ajouté sur la boucle de filtration afin de favoriser les réactions biologiques. A titre d'exemple, le dispositif (21) permet soit d'injecter du méthanol ou de l'éthanol pour réaliser une dénitrification,

soit de dissoudre de l'oxygène, par injection d'air ou d'oxygène pur, pour nitrifier les composés ammoniacaux.

Selon un exemple de réalisation non limitatif, l'eau (1) venant d'un traitement biologique et préalablement coagulée par du chlorure ferrique est introduite, à un débit de 10 m³/h, dans le mélangeur (3) où est injecté du charbon actif en poudre pour obtenir une concentration de 10 mg/l après mélange. Le temps de contact est fixé à 3 minutes. Le mélange est ensuite pompé par la pompe (7) de gavage avec un débit de 10 m³/h et à une pression correspondant à la perte de charge maximale prévue pour la circulation dans le canal de la membrane, soit pour l'exemple, 1 bar. La pompe (9) de circulation maintient une vitesse de 1 m/s dans les membranes capillaires, à une pression égale à la perte de charge dans les membranes augmentée de la pression de refoulement de la pompe de gavage, soit au total 1,5 bar. La surface de membrane (11) est par exemple de 70 m². Grâce à l'utilisation de membranes incurvées, le flux de perméat (13) au travers de la membrane est de 150 l/h.m² pour une pression de 1 bar et une température de 20 °C.

Le facteur de concentration en adsorbant qui, dans ce cas, est de 50, permet de maintenir une concentration en charbon actif à l'équilibre de 500 mg/l. Le concentrat, évacué à cette concentration de 500 mg/l, transite par un séparateur (22) constitué d'un décanteur lamellaire, dimensionné à 4 m/h, permettant d'extraire le charbon actif à une concentration d'environ 50 g/l. L'eau décantée est ensuite renvoyée dans le mélangeur (3) avec l'eau à traiter. L'extraction du charbon actif du décanteur représente un débit moyen de 2 l/h. Ainsi, le débit entrant étant de 10 m³/h, la perte d'eau lors de l'extraction est limitée à moins de 0,02%.

Grâce à l'effet vortex, le dépôt sur la membrane (11) reste très faible et le temps de filtration sans lavage ou rétrolavage est supérieur ou égal à 24 heures. Un système à membrane rectiligne nécessite, dans des

conditions opératoires identiques, un lavage toutes les heures pendant 30 secondes.

Le temps de rétrolavage journalier, cumulé, est, au maximum de 3 minutes, à un débit de perméat chloré représentant 2 fois le flux de production, soit six minutes de production sur une période de 24 heures, puis on assure un contact de quelques minutes avant de vidanger pour reprendre la production. L'ensemble des pertes d'eau dans le dispositif selon l'invention, incluant l'arrêt de production pendant lavage et l'eau de lavage ainsi que l'extraction du charbon en fond de séparateur, s'établit à moins de 3 %, valeur qui se compare avantageusement aux 5 à 10 % généralement pratiqués sur les systèmes à membranes rectilignes utilisés dans les mêmes conditions.

La vidange initiale de la boucle peut être réutilisée pour remplir la boucle avant de démarrer un nouveau cycle de production. Ce recyclage du charbon biologiquementensemencé, stocké à la vidange, permet d'avoir immédiatement après un lavage une concentration de charbon de 500 mg/l, qui participe à l'épuration et confère l'efficacité optimum dès le redémarrage du dispositif.

Le procédé selon l'invention, en améliorant le taux de transfert à travers la membrane, permet de réduire la surface de membrane par un facteur supérieur à 1,5 et de réduire l'ouvrage de séparation du charbon par un facteur 5. La meilleure utilisation du charbon actif permet de réduire la quantité de charbon neuf introduite dans l'eau à traiter. A titre d'exemple, par rapport à un procédé utilisant une membrane rectiligne et un mélange à 10 mg/l, le procédé selon l'invention présente la même efficacité avec un mélange à 8 mg/l. Le coût d'investissement global du dispositif est réduit de 30% et le coût d'exploitation (charbon actif et énergie), de 10 %, la membrane incurvée créant une perte de charge supplémentaire, donc une dépense d'énergie à déduire de l'économie sur le charbon actif. Les avantages constatés sont surprenants, puisqu'à consommation énergétique

légèrement supérieure, une économie substantielle est réalisée sur la surface de membrane installée, sur la consommation d'adsorbant mise en œuvre, tout en obtenant une même qualité de l'eau sortant du procédé et en minimisant la perte d'eau globale. Suivant la nature de l'eau à traiter, de
5 fortes concentrations d'adsorbant pulvérulent pourront être utilisées dans des membranes capillaires, sans colmatage ni bouchage.

Les applications potentielles d'une telle combinaison vortex de Dean / injection et recirculation de produits adsorbants en poudre, sont, à titre non limitatif, le traitement de l'eau pour potabilisation, le recyclage des eaux
10 usées après traitement biologique, la concentration de produits valorisables et plus généralement le traitement de liquides chargés.

Il est clair que d'autres modifications à la portée de l'homme du métier entrent dans le cadre de l'invention.

REVENDICATIONS

1. Procédé de filtration membranaire de liquides (1) contenant des substances organiques dissoutes et des matières en suspension, caractérisé en ce qu'il comprend la filtration d'un mélange, comprenant le liquide à traiter et au moins un adsorbant (2) pulvérulent, par une membrane de configuration géométrique telle qu'elle induit un écoulement avec des vortex de Dean.

2. Procédé de filtration membranaire de liquides selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'écoulement dans la membrane se caractérise par un nombre de Dean (De) supérieur à 20.

3. Procédé de filtration membranaire de liquides selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il comprend :

- une étape de mélange du liquide (1) à traiter avec l'adsorbant (2) à une concentration déterminée,
- une étape d'introduction du mélange, à un débit de gavage déterminé, vers une boucle (8) de filtration,
- une étape de filtration, , dans la boucle de recirculation, à une vitesse de balayage déterminée et un flux transmembranaire régulé au travers de la membrane sous une forme géométrique formant un canal incurvé,
- une étape de récupération de l'eau filtrée (13),
- une étape de purge hors de la boucle de filtration, du concentrat obtenu à la sortie de la filtration.

4. Procédé de filtration membranaire de liquides selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'il comprend une étape préalable de coagulation par un sel métallique du liquide à traiter.,

5. Procédé de filtration membranaire de liquides selon la revendication 3 ou 4, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de

séparation du concentrat purgé pour extraire le liquide et concentrer l'adsorbant.

6. Procédé de filtration membranaire de liquides selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de réinjection dans la boucle du liquide et/ou de l'adsorbant extrait du concentrat.

7. Procédé de filtration membranaire de liquides selon l'une des revendications 3 à 6, caractérisé en ce que le facteur de concentration entre la concentration du mélange injecté et la concentration du mélange dans la boucle varie entre 10 et 100.

8. Procédé de filtration membranaire de liquides selon l'une des revendications 3 à 7, caractérisé en ce qu'il comprend une étape d'injection d'un réactif déterminé gazeux ou liquide dans la boucle, pour assurer un traitement supplémentaire en utilisant l'adsorbant du mélange comme support bactérien mobile.

9. Dispositif de filtration membranaire de liquides contenant des substances dissoutes et des matières en suspension, caractérisé en ce qu'il comprend un mélangeur (3) présentant deux canalisations (4, 5) d'entrée pour l'introduction du liquide (1) à traiter et un adsorbant (2), une pompe (7) de gavage reliée par une canalisation (6) au mélangeur (3) permettant d'injecter le mélange effectué par le mélangeur dans une boucle (8) de filtration comprenant une pompe (9) de circulation et un module (10) de filtration, le module de filtration comprenant une membrane (11), scellée dans un carter (12) et sous une forme géométrique de canal incurvé, une canalisation (14) reliée au carter pour récupérer le liquide (13) filtré et une canalisation (15) de purge disposée en aval du module de filtration pour purger le concentrat.

10. Dispositif de filtration membranaire de liquides selon la revendication 9, caractérisé en ce que la membrane est constituée de fibres capillaires.

11. Dispositif de filtration membranaire de liquides selon la revendication 10, caractérisé en ce que les membranes sous forme de fibres capillaires forment des canaux hélicoïdaux, sinusoïdaux ou torsadés.

5 12. Dispositif de filtration membranaire de liquides selon la revendication 10 ou 11, caractérisé en ce que l'arrangement des fibres capillaires se présente sous forme de faisceaux de capillaires mono-brins (1111) ou de juxtaposition d'ensembles monoblocs multicapillaires à section circulaire (1112) ou en ruban (1113).

10 13. Dispositif de filtration membranaire de liquides selon la revendication 9, caractérisé en ce que la membrane est une membrane dite spirale constituée de films plans.

14. Dispositif de filtration membranaire de liquides selon l'une des revendications 9 à 13, caractérisé en ce que le ou les canaux de la membrane sont de section circulaire.

15 15. Dispositif de filtration membranaire de liquides selon l'une des revendications 9 à 14, caractérisé en ce que le ou les adsorbants sont des composés compris dans le groupe constitué par le charbon actif, les résines adsorbantes, les oxydes et hydroxydes minéraux, et les bentonites.

20 16. Dispositif de filtration membranaire de liquides selon l'une des revendications 9 à 15, caractérisé en ce que la canalisation (15) de purge est reliée à des moyens de récupération comprenant un séparateur (22) permettant de concentrer l'adsorbant, le séparateur comprenant au moins deux canalisations, l'une (16) reliée au mélangeur (3) pour recycler le liquide extrait du concentrat par le séparateur (22), l'autre (19, 20) pour évacuer
25 l'adsorbant extrait du concentrat vers une cuve (18) de stockage.

17. Dispositif de filtration membranaire de liquides selon la revendication 16, caractérisé en ce que la cuve de stockage comprend une canalisation (20) reliée au mélangeur (16) permettant de réalimenter la boucle (8) de filtration avec l'adsorbant extrait.

18. Dispositif de filtration membranaire de liquides selon l'une des revendications 9 à 17, caractérisé en ce que la boucle de filtration comprend un dispositif (21) d'injection ou de dissolution d'un réactif déterminé dans le mélange pour favoriser l'activité biologique.

1/3

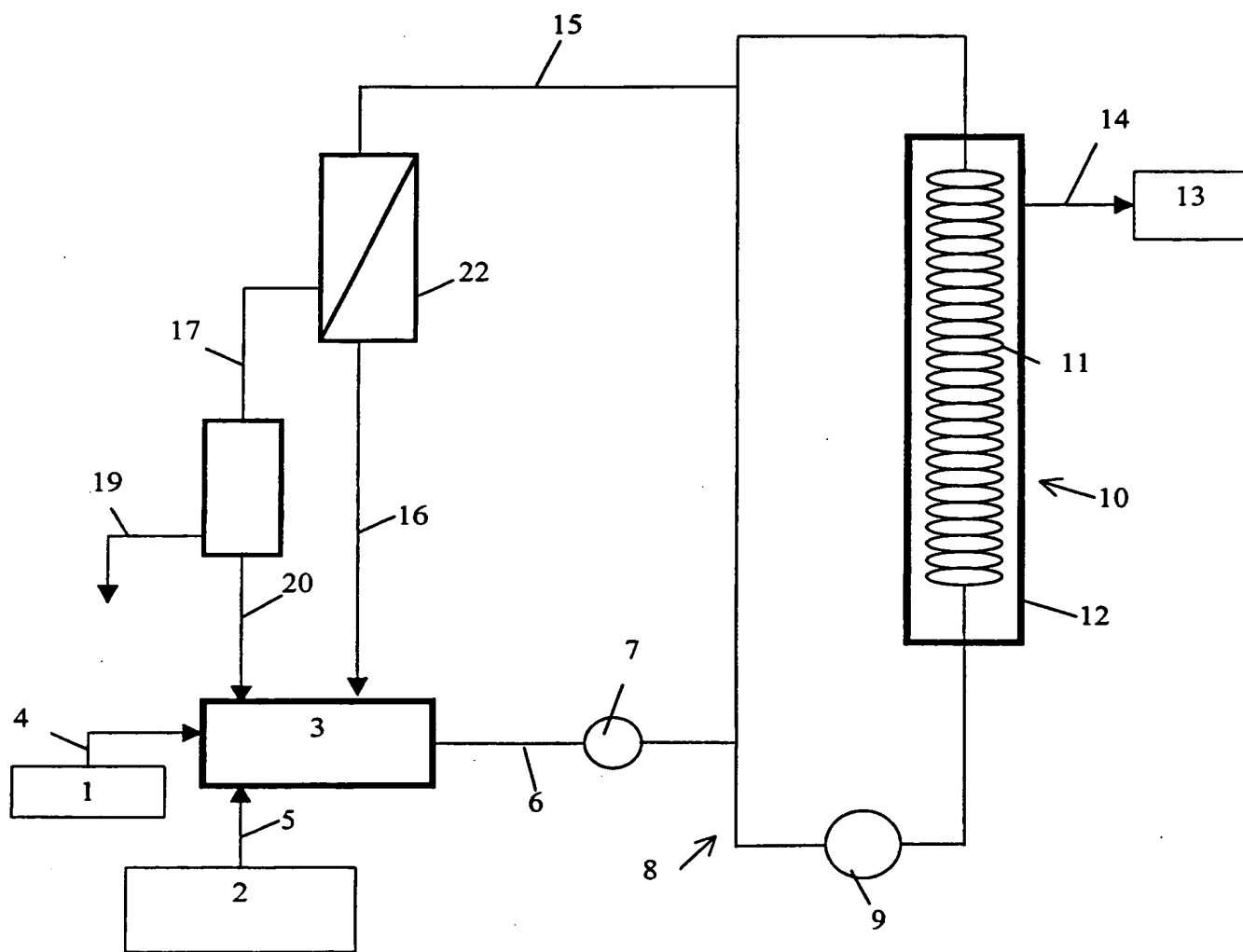


Figure 1

2/3

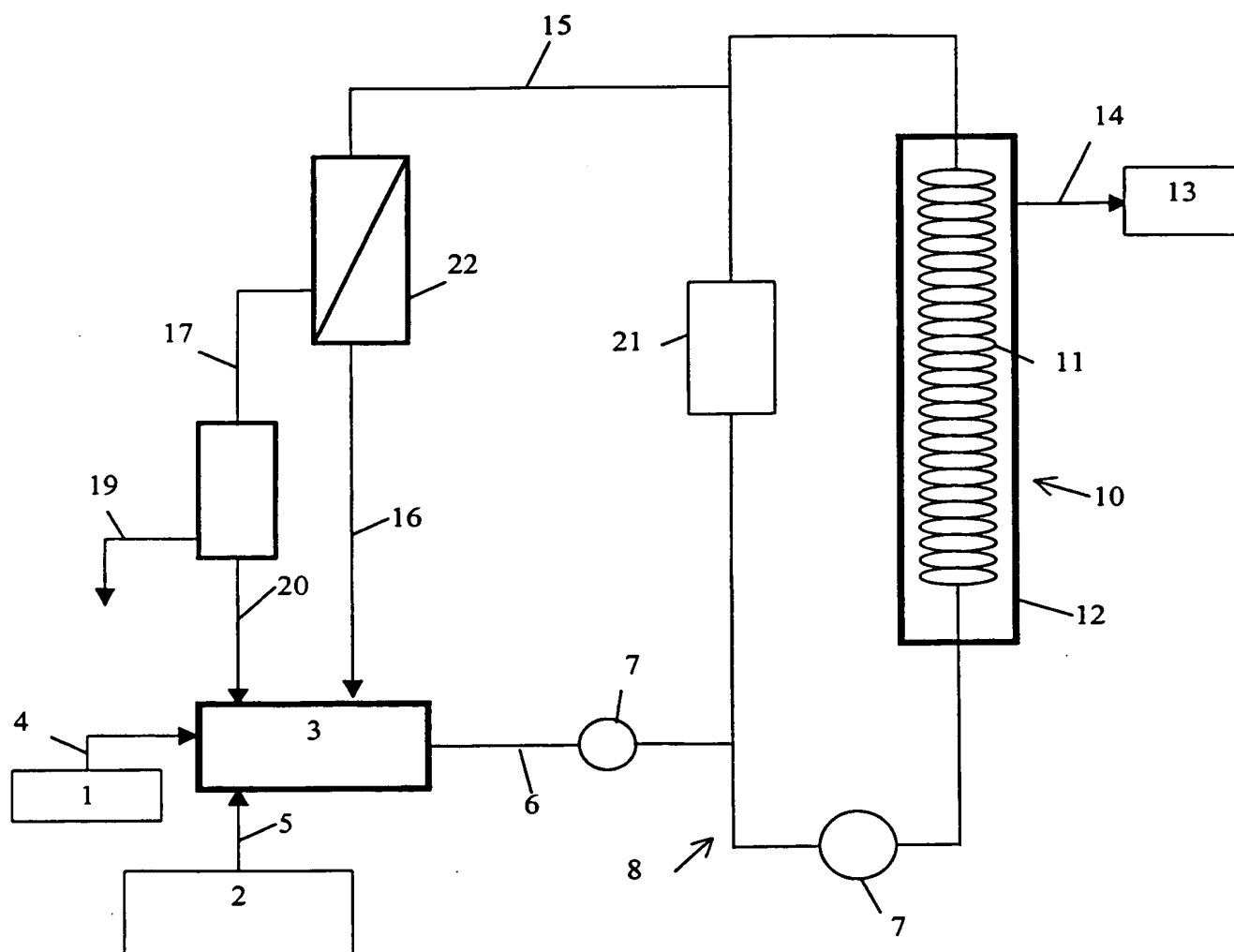


Figure 2

3/3

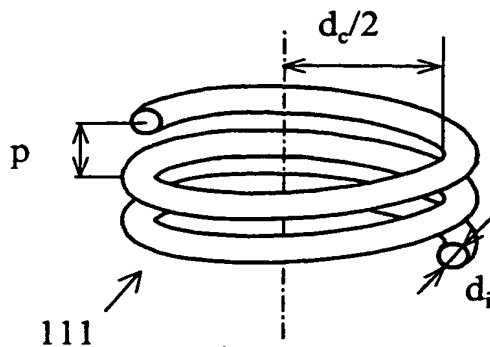


Figure 3A

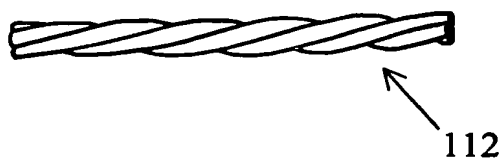


Figure 3B

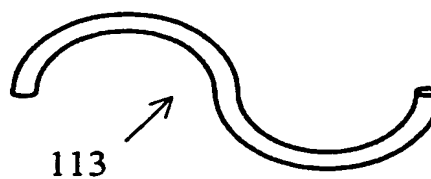


Figure 3C

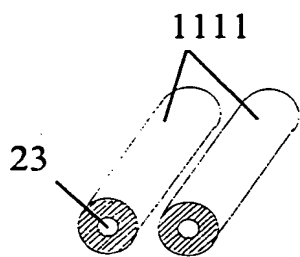


Figure 4A

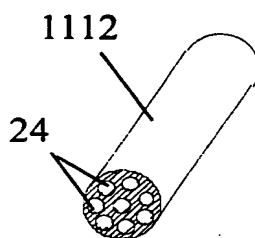


Figure 4B

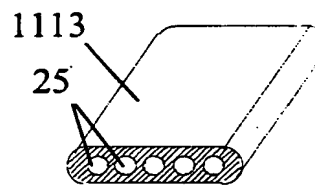


Figure 4C

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 00/03216

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B01D61/16 B01D65/08 C02F1/44

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B01D C02F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, CHEM ABS Data, INSPEC, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|---|-----------------------|
| A | WO 99 22850 A (MILLIPORE CORP ; PEARL STEVEN R (US)) 14 May 1999 (1999-05-14) the whole document | 1,2, 9-12,14 |
| A | US 5 271 830 A (FAIVRE MICHEL ET AL) 21 December 1993 (1993-12-21) the whole document | 1,3,4,8, 9,15,18 |
| | --- | |
| | --- | |
| | -/-- | |

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 April 2001

Date of mailing of the international search report

08/05/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hoornaert, P

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

national Application No

PCT/FR 00/03216

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| A | <p>GUIGUI C ET AL: "The use of Dean vortices in coiled hollow-fibre ultrafiltration membranes for water and wastewater treatment"</p> <p>DESALINATION, NL, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBLISHING CO, AMSTERDAM, vol. 118, no. 1-3, 20 September 1998 (1998-09-20), pages 73-79, XP004139068</p> <p>ISSN: 0011-9164</p> <p>the whole document</p> <p>---</p> | 1,2,9-12,14 |
| A | <p>NL 1 006 502 C (STORK FRIESLAND BV)</p> <p>15 July 1998 (1998-07-15)</p> <p>the whole document</p> <p>-& DATABASE WPI</p> <p>Derwent Publications Ltd., London, GB;</p> <p>AN 1998-465316</p> <p>XP002145660</p> <p>abstract</p> <p>---</p> | 1,2,9-12 |
| A | <p>US 5 626 758 A (BELFORT GEORGES)</p> <p>6 May 1997 (1997-05-06)</p> <p>the whole document</p> <p>---</p> | 1,2,9-12,14 |
| A | <p>WO 97 30779 A (STORK FRIESLAND BV ; REITH THOMAS (NL); RACZ IMRE GYULA (NL); OPHOF)</p> <p>28 August 1997 (1997-08-28)</p> <p>the whole document</p> <p>---</p> | 1,2,9-12,14 |
| A | <p>FR 2 628 337 A (LYONNAISE EAUX)</p> <p>15 September 1989 (1989-09-15)</p> <p>cited in the application</p> <p>the whole document</p> <p>---</p> | 1,3,9 |
| A | <p>US 5 505 841 A (PIRBAZARI MASSOUD ET AL)</p> <p>9 April 1996 (1996-04-09)</p> <p>the whole document</p> <p>---</p> | 1,3,9 |
| A | <p>US 5 204 002 A (BELFORT GEORGES ET AL)</p> <p>20 April 1993 (1993-04-20)</p> <p>the whole document</p> <p>-----</p> | 1,2,9,13 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

national Application No

PCT/FR 00/03216

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---------------------|---|--|
| WO 9922850 A | 14-05-1999 | AU 1292399 A AU 1370499 A EP 1044062 A WO 9922851 A | 24-05-1999 24-05-1999 18-10-2000 14-05-1999 |
| US 5271830 A | 21-12-1993 | FR 2655642 A CA 2031997 A,C DE 69019690 D DE 69019690 T DK 433200 T EP 0433200 A ES 2074149 T JP 2570496 B JP 4108518 A | 14-06-1991 12-06-1991 29-06-1995 04-01-1996 09-10-1995 19-06-1991 01-09-1995 08-01-1997 09-04-1992 |
| NL 1006502 C | 15-07-1998 | NONE | |
| US 5626758 A | 06-05-1997 | AU 690037 B AU 6768196 A CA 2201603 A CN 1166792 A DE 784502 T EP 0784502 A ES 2116251 T JP 10501742 T WO 9705946 A | 09-04-1998 05-03-1997 20-02-1997 03-12-1997 22-10-1998 23-07-1997 16-07-1998 17-02-1998 20-02-1997 |
| WO 9730779 A | 28-08-1997 | NL 1002397 C AU 1736297 A CA 2246675 A EP 0881941 A | 25-08-1997 10-09-1997 28-08-1997 09-12-1998 |
| FR 2628337 A | 15-09-1989 | NONE | |
| US 5505841 A | 09-04-1996 | NONE | |
| US 5204002 A | 20-04-1993 | NONE | |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

 L ande Internationale No
 PCT/FR 00/03216

 A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
 CIB 7 B01D61/16 B01D65/08 C02F1/44

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 B01D C02F

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, CHEM ABS Data, INSPEC, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

| Categorie * | Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents | no. des revendications visées |
|-------------|---|-------------------------------|
| A | WO 99 22850 A (MILLIPORE CORP ;PEARL STEVEN R (US)) 14 mai 1999 (1999-05-14) le document en entier | 1,2, 9-12,14 |
| A | US 5 271 830 A (FAIVRE MICHEL ET AL) 21 décembre 1993 (1993-12-21) le document en entier | 1,3,4,8, 9,15,18 |
| | --- -/-- | |

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

19 avril 2001

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

08/05/2001

 Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
 Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Hoornaert, P

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

L ande internationale No

PCT/FR 00/03216

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

| Catégorie | Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents | no. des revendications visées |
|-----------|--|-------------------------------|
| A | <p>GUIGUI C ET AL: "The use of Dean vortices in coiled hollow-fibre ultrafiltration membranes for water and wastewater treatment"</p> <p>DESALINATION, NL, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBLISHING CO, AMSTERDAM, vol. 118, no. 1-3, 20 septembre 1998 (1998-09-20), pages 73-79, XP004139068</p> <p>ISSN: 0011-9164</p> <p>le document en entier</p> <p>----</p> | 1,2, 9-12,14 |
| A | <p>NL 1 006 502 C (STORK FRIESLAND BV)</p> <p>15 juillet 1998 (1998-07-15)</p> <p>le document en entier</p> <p>-& DATABASE WPI</p> <p>Derwent Publications Ltd., London, GB;</p> <p>AN 1998-465316</p> <p>XP002145660</p> <p>abrégé</p> <p>----</p> | 1,2,9-12 |
| A | <p>US 5 626 758 A (BELFORT GEORGES)</p> <p>6 mai 1997 (1997-05-06)</p> <p>le document en entier</p> <p>----</p> | 1,2, 9-12,14 |
| A | <p>WO 97 30779 A (STORK FRIESLAND BV ; REITH THOMAS (NL); RACZ IMRE GYULA (NL); OPHOF)</p> <p>28 août 1997 (1997-08-28)</p> <p>le document en entier</p> <p>----</p> | 1,2, 9-12,14 |
| A | <p>FR 2 628 337 A (LYONNAISE EAUX)</p> <p>15 septembre 1989 (1989-09-15)</p> <p>citée dans la demande</p> <p>le document en entier</p> <p>----</p> | 1,3,9 |
| A | <p>US 5 505 841 A (PIRBAZARI MASSOUD ET AL)</p> <p>9 avril 1996 (1996-04-09)</p> <p>le document en entier</p> <p>----</p> | 1,3,9 |
| A | <p>US 5 204 002 A (BELFORT GEORGES ET AL)</p> <p>20 avril 1993 (1993-04-20)</p> <p>le document en entier</p> <p>-----</p> | 1,2,9,13 |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

L ande Internationale No

PCT/FR 00/03216

| Document brevet cité au rapport de recherche | Date de publication | Membre(s) de la famille de brevet(s) | Date de publication |
|---|------------------------|---|--|
| WO 9922850 A | 14-05-1999 | AU 1292399 A AU 1370499 A EP 1044062 A WO 9922851 A | 24-05-1999 24-05-1999 18-10-2000 14-05-1999 |
| US 5271830 A | 21-12-1993 | FR 2655642 A CA 2031997 A,C DE 69019690 D DE 69019690 T DK 433200 T EP 0433200 A ES 2074149 T JP 2570496 B JP 4108518 A | 14-06-1991 12-06-1991 29-06-1995 04-01-1996 09-10-1995 19-06-1991 01-09-1995 08-01-1997 09-04-1992 |
| NL 1006502 C | 15-07-1998 | AUCUN | |
| US 5626758 A | 06-05-1997 | AU 690037 B AU 6768196 A CA 2201603 A CN 1166792 A DE 784502 T EP 0784502 A ES 2116251 T JP 10501742 T WO 9705946 A | 09-04-1998 05-03-1997 20-02-1997 03-12-1997 22-10-1998 23-07-1997 16-07-1998 17-02-1998 20-02-1997 |
| WO 9730779 A | 28-08-1997 | NL 1002397 C AU 1736297 A CA 2246675 A EP 0881941 A | 25-08-1997 10-09-1997 28-08-1997 09-12-1998 |
| FR 2628337 A | 15-09-1989 | AUCUN | |
| US 5505841 A | 09-04-1996 | AUCUN | |
| US 5204002 A | 20-04-1993 | AUCUN | |